

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 56-070060

(43)Date of publication of application : 11.06.1981

(51)Int.Cl.

C09D 5/02

C09D 3/48

C09D 5/18

(21)Application number : 54-146414

(71)Applicant : TSUBASA KAGAKU KOGYO KK

(22)Date of filing : 14.11.1979

(72)Inventor : KOBAYASHI HIROKI
KOBAYASHI YASUHIRO
NAKAYAMA SHINICHI

(54) WATER DISPERSED FLAME-RETARDANT COATING COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: The titled composition capable of forming an improved flame retardant film without lowering storage stability, obtained by adding a specific bromine- substituted aromatic compound to a film-forming polymer comprising a vinyl acetate polymer, having a wide range of pH.

CONSTITUTION: The desired composition consisting of (A) one or more water dispersed film-forming polymer selected from the group consisting of a copolymer of vinyl acetate and vinyl ester of versatic acid, ethylene-vinyl acetate copolymer, polyvinyl acetate, alkyd resin, vinyl chloride-vinyl acetate, and/or polyvinyl chloride, (B) an organic additive, e.g., plasticizer, etc., and (C) a bromine-substituted aromatic compound. Decabromodiphenyl ether, hexabromodiphenyl ether, tribromophenol, hexabromobenzene, decabromodiphenyldibromoethene, and tetrabromoxylene may be cited as the ingredient C. A bromine content in the organic solid ingredient of the desired composition is made 2W35wt%.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭56—70060

⑤ Int. Cl.³
C 09 D 5/02
3/48
5/18

識別記号

庁内整理番号
7167—4 J
7167—4 J
7167—4 J

⑬ 公開 昭和56年(1981)6月11日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 21 頁)

⑭ 水分散系難燃性被覆組成物

① 特 願 昭54—146414

② 出 願 昭54(1979)11月14日

⑦ 発 明 者 小林博樹
東京都葛飾区青戸1丁目2番17号

⑧ 発 明 者 小林康浩

松戸市常盤平4丁目11番地

⑦ 発 明 者 中山慎一

八潮市伊草377八潮伊草団地15棟405

⑦ 出 願 人 ツバサ化学工業株式会社

東京都葛飾区青戸1丁目2番17号

⑧ 代 理 人 弁理士 中本宏

明 細 書

1. 発明の名称 水分散系難燃性被覆組成物

2. 特許請求の範囲

(1) 酢酸ビニル—ベオバ共重合体、エチレン—酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、アルキッド樹脂、塩化ビニル—酢酸ビニル共重合体及びポリ塩化ビニルよりなる群から選ばれた少なくとも1種の水分散系塗膜形成性重合体、有機添加剤及び臭素置換芳香族化合物を含み、かつ水分散系難燃性被覆組成物の有機固形分中の臭素含有率が約2～35重量%であることを特徴とする水分散系難燃性被覆組成物。

(2) 臭素置換芳香族化合物がデカブロモジフエニルエーテル、ヘキサブロモジフエニルエーテル、トリブロモフェノール、ヘキサブロモベンゼン、デカブロモジフエニルジブロモエタン又はテトラブロモキシレンである特許請求の範囲第(1)項記載の水分散系難燃性被覆組成物。

(1)

3. 発明の詳細な説明

本発明は水分散系難燃性被覆組成物に関し、特に広範囲の pH 領域の水分散系塗膜形成性重合体を用いて優れた難燃性を有する塗膜を形成しうる安定な水分散系難燃性被覆組成物に関する。

今日、ビルディングを初めとして住居その他が大型化し、新建材すなわち、合成樹脂及び合成繊維等を主体とする天井材、壁材、床材及びカーテン材料等が大量に使用されている。これらの材料の多くは易燃焼性であり大火災発生の一因となり、その着火速度、燃焼熱の強さ及び有害ガスの発生等が問題となってきた。そのため、特に、劇場、公会堂、病院及び百貨店等の人が多数出入する所は、不燃材料、準不燃材料及び難燃材料を使用することが建築基準法により規定されている。そして、塗料においても、建築用防火材料認定番号第0003号、第0004号及び第0005号等として一部難燃性が義務付けられるに至っている。

(2)

このような状況下において、各種のプラスチック成形材料の難燃剤が開発され、例えば、ハロゲン化炭化水素、有機リン化合物、無機リン化合物、酸化アンチモン、水和アルミナ及びメタ硼酸バリウム等を単独又は併用して予めプラスチック成形材料（以下プラスチックという）に粉体混合し加熱加工することにより難燃化が行なわれている。しかしながら、例えばアクリル系重合体におけるような水分散系塗膜形成性重合体の場合には、一般に原材料の分散は常温で行なわれるため、プラスチックと同じ組成をもつ重合体に対して同一難燃剤を使用したとき、プラスチックには添加可能であつても水分散系塗膜形成性重合体に添加すると該重合体が凝固又は変性し、安定性が損なわれ、この材料を塗布した時半固形状物質が混入して商品の品質が低下する。

一般に、水分散系塗膜形成性重合体はその性質によりある一定の pH 範囲があり、pH 2～6 のもの、pH 5～8 のもの及び pH 7～13

(3)

として建設省の認定番号を得たものは吹付材が主体で、その組成中に難燃性のものとして例えば軽石、セメント、珪砂及び方解石等を多量に使用したものであり、水分散系塗膜形成性重合体及び溶剤をベースにした塗料においてはその例がみられない。

本発明はこのような現状に鑑みてなされたものであり、その目的は、広範囲の pH 領域の水分散系塗膜形成性重合体に特定の難燃剤を適用し、安定かつ優れた難燃性を有する水分散系難燃性被覆組成物を提供することである。

本発明につき概説すれば、本発明の水分散系難燃性被覆組成物は、酢酸ビニル-ベオバ共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、アルキッド樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体及びポリ塩化ビニルよりなる群から選ばれた少なくとも1種の水分散系塗膜形成性重合体、有機添加剤及び臭素置換芳香族化合物を含み、かつ水分散系難燃性被覆組成物の有機固形分中の臭素含有率が約2～35重量%

(5)

のものに大別され、難燃化に当つてはこれに適した難燃剤を選定する必要がある、したがつて、プラスチックの場合とは自らその選定を異にしなければならない。このことから、前記した凝固の現象は、水分散系塗膜形成性重合体を分散している水に難燃剤及び難燃助剤が可溶性又はわずかに可溶性を示すため、該重合体の pH 許容範囲を超えたりあるいは又添加した難燃剤の極く表面に近い周囲の pH に急激な変化が起り、それにより水分散系塗膜形成性重合体の保護コロイドに急激な電位の変化を与えて保護コロイドを破壊することにより生ずるものと考えられる。

以上述べたように、水分散系塗膜形成性重合体に対する難燃剤の選定は、該重合体の種類及びその pH に応じて行なう必要がある、それが面倒であること及び、品質低下のおそれがあることから、このような重合体に適した優れた難燃剤は未だ開発、販売されるに至っていないのが実状である。特に現在、塗膜形成性防火材料

(4)

であることを特徴とするものである。

本発明者等は、前記建築基準法の主旨に準じ不燃性ないし難燃性塗料特に水分散系塗料につき種々研究を重ねた結果、極めて広範囲に亘る各種の水分散系塗膜形成性重合体を含む塗料の貯蔵安定性及び形成した塗膜の諸特性を損うことなく難燃化することができる難燃剤を見出して本発明に到達したものである。

本発明における水分散系塗膜形成性重合体は、酢酸ビニル-ベオバ共重合体 (VAc-Veova)、エチレン-酢酸ビニル共重合体 (E-VAc)、ポリ酢酸ビニル (PVAc)、アルキッド樹脂 (Alkyd)、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体 (VC-VAc) 及びポリ塩化ビニル (PVC) であり、これらはそれぞれ単独で又は2種以上混合して使用することができる。〔なお、ベオバ (Veova) は Vinyl ester of versatic acid の略称である。〕これらの重合体又は共重合体は、いずれも市販品として入手可能であるが、前記したようにそれぞれその種類に応じて適当な pH 領域があり、

(6)

一般的に pH 2 ~ 6、pH 5 ~ 8 及び pH 7 ~ 13 の三つのグループに大別することができる。これら各グループの製品の主なものにつきその pH 値及び固形分（不揮発分：NV）を下記第1 ~ 3 表に例示する。

(7)

第 1 表 (pH 2 ~ 6)

種 類	会 社 名	商 品 名	pH	NV
E-VAc	電 気 化 学 工 業	デンカ EVA 63	4 ~ 5	59
"	大日本インキ化学	EVA DIC EV-15	4 ~ 5	55
"	"	" EV-270	4.5 ~ 5.5	58
PVAc	ヘキスト合成	モビニール 50M	4 ~ 6	50
"	"	" DC	4 ~ 6	56
"	"	" DO25	3 ~ 4	54
"	大日本インキ化学	Vonocat 6290	4 ~ 6	50
"	昭和高分子	ポリソール 8500	3 ~ 4	50
PVAc(共)	ヘキスト合成	モビニール 100	3 ~ 5	50
"	"	" 10	3 ~ 5	45
VAc-VeoVA	"	モビニール DM 21	3 ~ 5	50
"	大日本インキ化学	Vonocat 6970	4 ~ 6	55
"	"	" 6750	4 ~ 5.5	50
VC-VAc	電 気 化 学 工 業	デン化テックス AC50	3 ~ 4	43

(8)

第 2 表 (pH 5 ~ 8)

種 類	会 社 名	商 品 名	pH	NV
PVAc	ヘキスト合成	モビニール 500	5~7	4.5
"	"	" 567	7	4.3
"	"	" DL	5~7	5.0
VAc-Veova	"	" DM-20	6.5~8.5	5.0
E-VAc	電気化学工業	デンカEVAテックス 20	5.0~6.0	5.6
"	"	" A220	~ 7.0	—
Alkyd	日本触媒化学工業	アロン 376	7.0~8.0	5.0
"	"	" 585	6.5~7.5	4.3

第 3 表 (pH 7 ~ 13)

種 類	会 社 名	商 品 名	pH	NV
PVC	日本ゼオン	ニポール 151	8.5~	4.8
PVC	"	" 576	9.0~	5.0
VAc-Veova	大日本インキ化学	Voncoat EC 818	7~9	5.0
VAc-Veova	"	" EC 817	8~9	5.0
Alkyd	日触アロー化学	アロン 376J	7.5~9	5.0
"	"	" 47	7.5~9	5.0
"	日本ライヒホルド	ウオターゾール 8-123	8.0~9	5.0

(9)

本発明における臭素置換芳香族化合物は、上記各種の水分散系塗膜形成性重合体に配合し、広範囲のpH領域においてその安定性を維持し、結固等の現象を起さず、しかも耐水性及び難燃性等の特性の良好な塗膜を形成することができる。このような効果は、本発明の臭素置換芳香族化合物が分解温度が約150~350℃と高く、又、水に不溶性であるため、水によるpHの変化を生じず、上記各種の水分散系塗膜形成性重合体の保護コロイドを安定化し、同時にこれら化合物自体の優れた難燃効果を発揮することができるものと考えられる。ここで、臭素置換脂肪族化合物は、臭素置換芳香族化合物に比べて融点、分解温度及び沸点が低いいためか、難燃効果が劣り又、刺激臭が強くて実用性に乏しい。

本発明における臭素置換芳香族化合物は、デカブロモジフエニルエーテル、ヘキサブロモジフエニルエーテル、トリブロモジフエニルエーテル、ヘキサブロモベンゼン、デカブロモジフ

エニル[△]ブロモエタン又はテトラブロモキシレン等であり、又、これらは混合して使用することもできる。

又、本発明における有機添加剤としては、既知の各種可塑剤、防腐剤、防かび剤、増粘剤、消泡剤及び場合により若干の有機溶媒等を適宜選択して使用し、又、炭酸カルシウム、タルク、珪砂、石棉、クレー、方解石粉及びマイカ粉等の無機充填剤その他各種顔料等の着色剤を併用することができる。

更に又、本発明における難燃剤である臭素置換芳香族化合物には、一般に既知の各種難燃剤（ハロゲン化合物、リン化合物及びアンチモン化合物等）及び難燃助剤（微粒珪砂及び珪藻土等）を併用して価格の低減を図ることができる。

本発明における臭素置換芳香族化合物の配合量は、製品である水分散系難燃性被覆組成物の有機固形分中の臭素含有率が約2~35重量%、望ましくは約2~24重量%となる量にすることが適当である。この量が約2重量%以下では

難燃効果を発揮することができず、JIS A 1321の難燃性試験で2級以上の製品を得ることができない。又、この量は最高約35重量%までで十分効果があり、同試験で1級の製品を得ることができる。

又、塗膜の難燃性を考慮し、その膜厚を、水分散系難燃性被覆組成物中における全有機固形分（難燃性に関与する）の占める体積を塗布面積で除した数値（以下単に膜厚という）で表示した場合、一般に、この膜厚が大になるにつれて難燃性が低下することが確認されたが、上記範囲内の量の臭素置換芳香族化合物を配合することにより、最大250 μm までの膜厚の優れた難燃性を有する塗膜を形成し、膜厚を大にして塗膜に模様等の凹凸を付けることができる。すなわち、例えば最低量約2重量%の臭素置換芳香族化合物を配合することにより最大250 μm の膜厚で2級の難燃性を有する塗膜が得られ、最大量約20～35重量%の臭素置換芳香族化合物を配合すれば最大40 μm の膜厚で1

03

級の難燃性を有する塗膜を得ることができる。

本発明の水分散系難燃性被覆組成物は、前記水分散系塗膜形成性重合体に顔料、無機充填剤、有機添加剤及び難燃剤として臭素置換芳香族化合物を攪拌混合、分散することにより容易に製造することができる。

次に、本発明及びその効果を実施例により説明するが、本発明はこれらによりなから限定されるものではない。

実施例1（前記 pH 領域 2～6）

下記第4表に示す組成及び配合割合で配合した配合物に下記第5表に示す各種臭素置換芳香族化合物の所定量をそれぞれ添加し、又、これと別に同じく下記第5表に示す既知の各種難燃剤の所定量をそれぞれ添加し、攪拌、混合、分散して水分散系難燃性被覆組成物（以下被覆組成物という）を調製した。なお、調製に当つては、重合体固形分が15%になるように調整し、全量が100%になるように水を増減した。

03

表 4

単位：%

組 成	配合率	有機固形分
塩化ビニル・酢酸ビニル共重合体 (VC-VAc) (電気化学工業社製 電化テックスAC 50, pH 3~4)	32	15
タルク	15	0
酸化チタン	25	0
2(4-チアゾリル)-ベンツイミダゾール (防カビ剤)	0.5	0.5
ノブコNDW(ノブコ社製 油系消泡剤)	0.5	0.5
2%メチルヒドロキシセルロース溶液 (増粘剤)	10	0.2
ジブチルフタレート	1.8	1.8
水	15.2	0
合 計	100	18

各被覆組成物の調製に当つては、試料をポリエチレン袋に入れ、60～70℃の湯槽中に5時間浸漬し、難燃剤が水分散系塗膜形成性重合

04

体すなわちVC-VAcに及ぼす影響すなわち安定性を観察した。安定性不良のものは凝固するかもしれないもしくは少なくとも5時間以内に变化（保潤コロイドの破壊）が生じる。

各被覆組成物から厚さ約40 μm の塗膜を形成し、それぞれについてJIS A 1321の試験により難燃性を調べた。得られた結果を下記第5表に示す。なお又、第5表には、表中に示した等分の難燃性を有する塗膜が得られる最大膜厚を示し、又、表中の使用量欄の%は、被覆組成物の有機固形分中の臭素又は塩素の含有率（重量%）を示す。（以下の実施例においても同じ）

05

	種 類	燃 料		安 定 性	燃 燃 性 (級)	最 大 膜 厚 (μm)
		便 用 量				
		(g)	(%)			
実 施 例 1	デカブロモジフエニルエーテル	1	4.4	良 好	2	230
	ヘキサブロモジフエニルエーテル	5	18.0	〃	1	40
	トリブロモフェノール	1	3.9	〃	2	230
	ヘキサブロモベンゼン	7	20.9	〃	1	40
	デカブロモジフエニルジプロモエタン	1	3.8	〃	2	230
	テトラブロモキシレン	7	20.3	〃	1	40
	ジプロモプロパノール	1	4.6	〃	2	230
	臭化ナトリウム	8	26.8	〃	1	40
	三酸化アンチモン	1	4.1	〃	2	230
	メタホウ酸バリウム	6	19.3	〃	1	40
	ホウ酸ナトリウム	2	10.8	〃	2	230
	アンチモン酸ナトリウム	6	19.1	〃	1	40
	対 照	臭化ナトリウム	1	3.9	〃	2
三酸化アンチモン		8	22.6	〃	1	40
メタホウ酸バリウム		1	4.1	〃	2	230
ホウ酸ナトリウム		6	19.4	〃	1	40
アンチモン酸ナトリウム		1	—	〃	2	230
水和アルミナ		4	—	〃	1	40
トリシクロロプロピルホスフェート		7	—	凝 固	—	—
トリシクロロプロピルホスフェート		8	—	〃	—	—
トリシクロロプロピルホスフェート		1	—	良 好	2	230
トリシクロロプロピルホスフェート		5	—	〃	1	40
	トリシクロロプロピルホスフェート	1	—	〃	2	230
	トリシクロロプロピルホスフェート	5	—	〃	1	40
	トリシクロロプロピルホスフェート	1	2.7	〃	2	230
		5	11.2	〃	1	40

06

実施例2(前記pH領域2~6)

水分散系塗膜形成性重合体としてエチレン-酢酸ビニル共重合体(E-VAc)(大日本インキ化学社製、EVADIC EV15、pH 4~5)を使用し、た以外は実施例1と同様にして試験を行なった。得られた結果を下記第6表に示す。

第 6 表

燃 料		劑		安 定 性	燃 燃 性 (級)	最 大 膜 厚 (μm)	
種 類	使 用 量						
	(g)	(%)					
実 施 例 2	デカブロモジフエニルエーテル	2	8.3	良 好	2	250	
	〃	7	23.2	〃	1	40	
	ヘキサブロモジフエニルエーテル	3	10.6	〃	2	250	
	〃	9	24.8	〃	1	40	
	トリブロモフェノール	5	10.4	〃	2	250	
	〃	10	25.9	〃	1	40	
	ヘキサブロモベンゼン	3	12.4	〃	2	250	
	〃	11	33.0	〃	1	40	
	デカブロモジフエニルジブロモエタン	3	11.0	〃	2	250	
	〃	9	25.7	〃	1	40	
	テトラブロモキシレン	3	10.8	〃	2	250	
	〃	8	23.3	〃	1	40	
	対 照	ジブロモプロパノール	3	10.5	〃	2	250
		〃	11	27.8	〃	1	40
臭化ナトリウム		3	11.1	〃	2	250	
〃		9	25.9	〃	1	40	
三酸化アンチモン		3	—	〃	2	250	
メタホウ酸バリウム		8	—	凝 固	—	—	
ホウ酸ナトリウム		9	—		—	—	
アンチモン酸ナトリウム		4	—	良 好	2	250	
水和アルミナ		3	—	〃	2	250	
〃		9	—	〃	1	40	
トリシクロロプロピルホスフエート		2	5.1	〃	2	250	
〃		7	14.4	〃	1	40	

実施例3 (前記 pH 領域 2 ~ 6)

水分散系塗膜形成性重合体としてポリ酢酸ビニル (PVAc) (ヘキスト合成社製、モビニール 100、pH 3 ~ 5) を使用した以外は実施例 1 と同様にして試験を行なった。得られた結果を下記第 7 表に示す。

第 7 表

離 燃		使 用 量		安 定 性	難 燃 性 (級)	最 大 膜 厚 (μm)
種 類		(g)	(%)			
実 施 例 3	デカブロモジフエニルエーテル	2	8.3	良 好	2	2.30
	〃	6	20.8	〃	1	3.5
	ヘキサブロモジフエニルエーテル	2	7.4	〃	2	2.30
	〃	8	22.9	〃	1	3.5
	トリブロモフェノール	2	7.3	〃	2	2.30
	〃	8	22.3	〃	1	3.5
	ヘキサブロモベンゼン	3	12.4	〃	2	2.30
	〃	9	29.0	〃	1	3.5
	デカブロモジフエニルジブロモエタン	3	11.0	〃	2	2.30
	〃	7	21.6	〃	1	3.5
3	テトラブロモキシレン	3	10.8	〃	2	2.30
	〃	7	21.2	〃	1	3.5
対 照	ジブロモプロパノール	3	10.5	〃	2	2.30
	〃	9	24.5	〃	1	3.5
	臭 化 ナ ト リ ウ ム	3	11.1	〃	2	2.30
	〃	7	21.8	〃	1	3.5
	三酸化アンチモン	6	—	〃	3	4.50
	メタホウ酸バリウム	7	—	凝 固	—	—
	ホウ酸ナトリウム	8	—		—	—
	アンチモン酸ナトリウム	7	—	良 好	2	2.30
	水 和 アル ミ ナ	3	—	〃	2	2.30
	〃	7	—	〃	1	3.5
	トリスジクロロプロピルホスフエート	2	5.1	〃	2	2.30
	〃	6	12.8	〃	1	3.5

実施例4 (前記 pH 領域 2 ~ 6)

水分散系塗膜形成性重合体として酢酸ビニル-ベオバ共重合体 (VAc-Veova) (ヘキスト合成社製、モビニール DM21、pH 3 ~ 5) を使用した以外は実施例 1 と同様にして試験を行なった。得られた結果を下記第 8 表に示す。

第 8 表

種 類		燃 料		安 定 性	難 燃 性 (秒)	最 大 膜 厚 (μ m)
		使 用 量 (g)	(%)			
実 施 例 4	デカブロモジフエニルエーテル	2	8.3	良 好	2	2 5 0
	〃	7	2 3.2	〃	1	4 0
	ヘキサブロモジフエニルエーテル	3	1 0.6	〃	2	2 5 0
	〃	9	2 4.8	〃	1	4 0
	トリブロモフェノール	3	1 0.4	〃	2	2 5 0
	〃	1 0	2 5.9	〃	1	4 0
	ヘキサブロモベンゼン	3	1 2.4	〃	2	2 5 0
	〃	1 1	3 3.0	〃	1	4 0
	デカブロモジフエニルジブロモエタン	3	1 1.0	〃	2	2 5 0
	〃	9	2 5.7	〃	1	4 0
対 照	テトラブロモキシレン	3	1 0.8	〃	2	2 5 0
	〃	8	2 3.5	〃	1	4 0
	ジブロモプロパノール	3	1 0.5	〃	2	2 5 0
	〃	1 1	2 7.8	〃	1	4 0
	臭 化 ナ ト リ ウ ム	3	1 1.1	〃	2	2 5 0
	〃	9	2 5.9	〃	1	4 0
	三 酸 化 ア ン チ モ ン	3	—	〃	2	2 5 0
	〃	9	—	〃	1	4 0
	メタホウ酸バリウム	8	—	凝 固	—	—
	ホウ酸ナトリウム	9	—	〃	—	—
照	アンチモン酸ナトリウム	5	—	良 好	2	2 5 0
	〃	1 2	—	〃	1	4 0
	水 和 ア ル ミ ナ	3	—	〃	2	2 5 0
	〃	9	—	〃	1	4 0
	トリシクロロプロピルホスフェート	2	5.1	〃	2	2 5 0
	〃	7	1 4.4	〃	1	4 0

実施例5 (前記 pH 領域 5 ~ 8)

水分散系塗膜形成性重合体としてポリ酢酸ビニル (PVAc) (ヘキスト合成社製、モビニール 500、pH 5 ~ 7) を使用した以外は実施例 1 と同様にして試験を行なった。得られた結果を下記表 9 表に示す。

第 9 表

	種 類	燃 料		安 定 性	難 燃 性 (級)	最 大 膜 厚 (μm)
		便 用 量				
		(g)	(%)			
実 施 例 5	デカブロモジフエニルエーテル	2	8.3	良 好	2	230
	〃	6	20.8	〃	1	35
	ヘキサブロモジフエニルエーテル	2	7.5	〃	2	230
	〃	8	22.9	〃	1	35
	トリブロモフェノール	2	7.3	〃	2	230
	〃	8	22.3	〃	1	35
	ヘキサブロモベンゼン	3	12.4	〃	2	230
	〃	9	29.0	〃	1	35
	デカブロモジフエニルジプロモエタン	3	11.0	〃	2	230
	〃	7	21.6	〃	1	35
対 照	テトラブロモキシレン	3	10.8	〃	2	230
	〃	7	21.2	〃	1	35
	ジプロモプロパノール	2	7.3	〃	2	230
	〃	9	24.5	〃	1	35
	臭化ナトリウム	3	11.1	〃	2	230
	〃	7	21.8	〃	1	35
	三酸化アンチモン	2	—	〃	2	230
	メタホウ酸バリウム	7	—	凝 固	—	—
	ホウ酸ナトリウム	8	—	〃	—	—
	アンチモン酸ナトリウム	2	—	良 好	2	230
対 照	〃	7	—	〃	1	35
	水和アルミナ	7	—	凝 固	—	—
	トリスジクロロプロピルホスフェート	2	5.1	良 好	2	230
	〃	6	12.8	〃	1	35

実施例6 (前記 pH 領域 5 ~ 8)

水分散系塗膜形成性重合体として酢酸ビニル-ベオバ共重合体 (VAc-Veoba) (ヘキスト化成社製、モビニール DM20, pH 6.5 ~ 8.5) を使用した以外は実施例1と同様にして試験を行った。得られた結果を下記第10表に示す。

第 10 表

	種 類	燃 剤		安 定 性	燃 焼 性 (級)	最 大 膜 厚 (μm)
		使 用 量				
		(g)	(%)			
実 施 例 6	デカブロモジフエニルエーテル	2	8.3	良 好	2	2 5 0
	〃	7	2 3. 2	〃	1	4 0
	ヘキサブロモジフエニルエーテル	3	1 0. 6	〃	2	2 5 0
	〃	9	2 4. 8	〃	1	4 0
	トリブロモフェノール	3	1 0. 4	〃	2	2 5 0
	〃	1 0	2 5. 9	〃	1	4 0
	ヘキサブロモベンゼン	3	1 2. 4	〃	2	2 5 0
	〃	1 1	3 3. 0	〃	1	4 0
	デカブロモジフエニルジブロモエタン	3	1 1. 0	〃	2	2 5 0
	〃	9	2 5. 7	〃	1	4 0
	テトラブロモキシレン	3	1 0. 8	〃	2	2 5 0
	〃	8	2 3. 3	〃	1	4 0
対 照	ジブロモプロパノール	3	1 0. 5	〃	2	2 5 0
	〃	1 1	2 7. 8	〃	1	4 0
	臭 化 ナ ト リ ウ ム	3	1 1. 1	〃	2	2 5 0
	〃	9	2 5. 9	〃	1	4 0
	三 酸 化 アン チ モ ン	3	—	〃	2	2 5 0
	メ タ ホ ウ 酸 バ リ ウ ム	8	—	凝 固	—	—
	ホ ウ 酸 ナ ト リ ウ ム	9	—	〃	—	—
	ア ン チ モ ン 酸 ナ ト リ ウ ム	4	—	良 好	2	2 5 0
	水 和 アル ミ ナ	9	—	凝 固	—	—
	ト リ ス ジ ク ロ ロ プ ロ ビ ル ホ ス フ エ ー ト	2	5. 1	良 好	2	2 5 0
	〃	7	1 4. 4	〃	1	4 0

実施例7 (前記 pH 領域 5 ~ 8)

水分散系塗膜形成性重合体としてエチレン-酢酸ビニル共重合体 (E-VAc) (電気化学工業社製、デンカ EVA テックス 20、pH 5.0 ~ 6.0) を使用した以外は実施例1と同様にして試験を行なった。得られた結果を下記第11表に示す。

第 1 1 表

難燃剤		劑		安 定 性	難 燃 性	最 大 膜 厚
種 類	類	使 用 量				
		(g)	(%)			
実 施 例 7	デカブロモジフエニルエーテル	2	8.3	良好	2	250
	ヘキサブロモジフエニルエーテル	7	23.2	〃	1	40
	トリプロモフェノール	3	10.6	〃	2	250
	ヘキサブロモベンゼン	9	24.8	〃	1	40
	デカブロモジフエニルジプロモエタン	3	10.4	〃	2	250
	テトラプロモキシレン	10	25.9	〃	1	40
	ジプロモプロパノール	3	12.4	〃	2	250
	臭化ナトリウム	11	33.0	〃	1	40
	三酸化アンチモン	3	11.5	〃	2	250
	メタホウ酸バリウム	9	25.7	〃	1	40
対 照	ホウ酸ナトリウム	3	10.8	〃	2	250
	アンチモン酸ナトリウム	8	23.3	〃	1	40
	水和アルミナ	1	3.9	〃	2	250
	トリシクロロプロピルホスフエート	8	22.6	〃	1	40
	〃	3	11.1	〃	2	250
	〃	9	25.9	〃	1	40
	〃	3	—	〃	2	250
〃	8	—	凝固	—	—	
〃	9	—	〃	—	—	
〃	4	—	良好	2	250	
〃	9	—	凝固	—	—	
〃	2	5.1	良好	2	250	
〃	7	14.4	〃	1	40	

実施例8(前記 pH 領域 5~8)

下記第12表に示す組成及び配合割合で配合した配合物を用いた以外は実施例1と同様にして試験を行なった。

第 1 2 表

単位: g

組 成	配合量	有機物成分
アルキッド樹脂(Alkyd)(日本触媒化学工業社製 アロン 376, pH 7.0~8.0)	148	7.4
同上 (同上)(同 アロン 585, pH 6.5~7.5)	347	149.2
ノボコ NDW	0.6	0.6
炭酸カルシウム	207	—
ルチル型酸化チタン	45	—
酸化鉄顔料	57	—
イソプロピルアルコール	24	2.4
3%ナフテン酸コバルト溶液	5.7	0.2
20%ナフテン酸鉛溶液	5.7	1.1
水	107	—
合 計	947	249.1

得られた結果を下記第13表に示す。

(四)

第 1 3 表

	種 類	燃 料		安 定 性	難 燃 性 (級)	最 大 膜 厚 (μm)
		使 用 量				
		(g)	(%)			
実 施 例 8	デカブロモジフエニルエーテル	2 8	8.3	良 好	2	2 3 0
	〃	8 3	2 0.8	〃	1	3 5
	ヘキサブロモジフエニルエーテル	2 8	7.5	〃	2	2 3 0
	〃	1 1 0	2 2.9	〃	1	3 5
	トリプロモフエノール	2 8	7.3	〃	2	2 3 0
	〃	1 1 0	2 2.3	〃	1	3 5
	ヘキサプロモベンゼン	4 1	1 2.4	〃	2	2 3 0
	〃	1 2 4	2 9.0	〃	1	3 5
	デカブロモジフエニルジプロモエタン	4 2	1 1.0	〃	2	2 3 0
	〃	9 7	2 1.6	〃	1	3 5
	テトラプロモキシレン	4 9	1 2.5	〃	2	2 3 0
	〃	9 7	2 1.2	〃	1	3 5
対 照	ジプロモプロパノール	4 2	1 0.6	〃	2	2 3 0
	〃	9 7	2 1.6	〃	1	3 5
	臭 化 ナ ト リ ウ ム	4 2	1 1.0	〃	2	2 3 0
	〃	9 7	2 1.6	〃	1	3 5
	三酸化アンチモン	2 8	—	〃	2	2 3 0
	メタボウ酸バリウム	9 5	—	硬 固	—	—
	ホウ酸ナトリウム	1 1 0	—	〃	—	—
	アンチモン酸ナトリウム	1 0 0	—	良 好	3	5 0 0
	水和アルミナ	1 0 0	—	硬 固	—	—
	トリスジクロロプロピルホスフエート	2 6	—	良 好	2	2 3 0
	〃	7 8	—	〃	1	3 5

実施例 9 (前記 pH 領域 7 ~ 13)

水分散系塗膜形成性重合体としてポリ塩化ビニル (PVC) (日本ゼオン社製、ニポール 151、pH 8.5~) を使用した以外は実施例 1 と同様にして試験を行なった。得られた結果を下記第 14 表に示す。

離 燃 剤		使 用 量		安 定 性	難 燃 性 (級)	最 大 膜 厚 (μ m)
種 類		(g)	(%)			
実 施 例 9	デカブロモジフエニルエーテル	5	1 8.0	良好	1	3.5
	ヘキサブロモジフエニルエーテル	7	2 0.9	"	1	3.5
	トリブロモフェノール	7	2 0.3	"	1	3.5
	ヘキサブロモベンゼン	8	2 6.8	"	1	3.5
	デカブロモジフエニルジブロモエタン	6	1 9.3	"	1	3.5
	テトラブロモキシレン	6	1 9.0	"	1	3.5
対 照	ジブロモプロパノール	8	2 2.6	"	1	3.5
	臭化ナトリウム	6	1 9.0	硬化	—	—
	三酸化アンチモン	3	—	良好	1	3.5
	メタホウ酸バリウム	5	—	硬化	—	—
	ホウ酸ナトリウム	5	—	良好	1	3.5
	アンチモン酸ナトリウム	4	—	"	1	3.5
	水和アルミナ	5	—	硬化	—	—
	トリスジクロロプロピルホスフエート	5	1 1.2	良好	1	3.5

実施例 10 (前記 pH 領域 7 ~ 13)

水分散系塗膜形成性重合体として酢酸ビニル-ベオバ共重合体 (VAc-Veova) (大日本インキ化学社製、Vonceat BC 818、pH 7 ~ 9) を使用した以外は実施例 1 と同様にして試験を行なった。得られた結果を下記第 15 表に示す。

第 1 5 表

難燃		劑		安 定 性	難 燃 性 (級)	最 大 膜 厚 (μm)
種	類	使 用 量				
		(g)	(%)			
実 施 例 10	デカブロモジフエニルエーテル	2	8.3	良 好	2	2 5 0
	〃	7	2 3. 2	〃	1	4 0
	ヘキサブロモジフエニルエーテル	3	1 0. 6	〃	2	2 5 0
	〃	9	2 4. 8	〃	1	4 0
	トリブロモフェノール	3	1 0. 4	〃	2	2 5 0
	〃	1 0	2 5. 9	〃	1	4 0
	ヘキサブロモベンゼン	3	1 2. 4	〃	2	2 5 0
	〃	1 1	3 3. 0	〃	1	4 0
	デカブロモジフエニルジブロモエタン	3	1 1. 0	〃	2	2 5 0
	〃	9	2 5. 7	〃	1	4 0
対 照	テトラブロモキシレン	3	1 0. 8	〃	2	2 5 0
	〃	8	2 3. 3	〃	1	4 0
	ジブロモプロパノール	3	1 0. 5	〃	2	2 5 0
	〃	1 1	2 7. 8	〃	1	4 0
	臭化ナトリウム	9	—	凝 固	—	—
	三酸化アンチモン	3	—	良 好	2	2 5 0
	〃	8	—	〃	1	4 0
	メタホウ酸バリウム	7	—	凝 固	—	—
	ホウ酸ナトリウム	9	—	〃	—	—
	アンチモン酸ナトリウム	4	—	良 好	2	2 5 0
〃	〃	1 1	—	〃	1	4 0
	水和アルミナ	9	—	凝 固	—	—
	トリスジクロロプロピルホスフェート	3	1 1. 0	良 好	2	2 5 0
〃	9	2 5. 7	〃	1	4 0	

実施例 11 (前記 pH 領域 7 ~ 13)

水分散系塗膜形成性重合体としてポリ塩化ビニル (PVC) (日本ゼオン社製、ニポール 576、pH 9.0 ~) を使用した以外は実施例 1 と同様にして試験を行なった。得られた結果を下記第 16 表に示す。

第 1 6 表

難燃剤		使用量		安定性	難燃性 (級)	最大膜厚 (μm)
種	類	(g)	(%)			
実施例 11	デカブロモジフェニルエーテル	5	18.0	良好	1	3.5
	ヘキサブロモジフェニルエーテル	7	20.9	〃	1	3.5
	トリブロモフェノール	7	20.3	〃	1	3.5
	ヘキサブロモベンゼン	8	26.8	〃	1	3.5
	デカブロモジフェニルジブロモエタン	6	19.3	〃	1	3.5
	テトラブロモキシレン	6	19.0	〃	1	3.5
対照	ジブロモプロパノール	8	22.6	〃	1	3.5
	臭化ナトリウム	6	19.0	凝固	—	—
	三酸化アンチモン	3	—	良好	1	3.5
	メタホウ酸バリウム	5	—	凝固	—	—
	ホウ酸ナトリウム	5	—	良好	1	3.5
	アンチモン酸ナトリウム	4	—	〃	1	3.5
	水和アルミナ	5	—	凝固	—	—
	トリシクロロプロピルホスフエート	5	11.2	良好	1	3.5

以上の実施例の結果から次のことが判明した。すなわち、水分散系塗膜形成性重合体においては、その種類により同一難燃剤を使用してもそれぞれ使用量が異なり、その使用量は、PVCが最も少なく以下PVC-VAc、PVAc、VAc-Veovaの順で増え、これは水分散系塗膜形成性重合体の組成の酸素指数により差があり、この酸素指数の大きいもの程少くなる傾向が見られた。又、同一組成の水分散系塗膜形成性重合体のpH領域による難燃剤の所要量には格別の変化は認められず、pH領域別で関係のあるのは専ら難燃剤の種類であり、メタホウ酸バリウムのように水と混和してアルカリ性（17℃における飽和水溶液のpH 9.30）を示すものは、pH 2～6の領域で水分散系塗膜形成性重合体を凝固してしまい、逆に水和アルミナのように水と混和して酸性（17℃における飽和水溶液のpH 4.50）を示すものは、pH 7～13の領域で該重合体を凝固してしまい。この現象は、難燃剤そのものの固有のアルカリ性又は酸性の特性が

(37)

該重合体の保護コロイドに急激な電位の変化を与えてそれを破壊するためと考えられる。このように難燃剤を類別すると、アンチモン化合物及び有機ハロゲン化合物が安定化した難燃剤であることがわかる。しかしながら、アンチモン化合物は、単独では他の水分散系塗膜形成性重合体例えばアクリル系重合体又は共重合体及びブタジエン-アクリル系共重合体等に適用した場合非常に難燃効果が薄くて一般的でなく、又、臭素置換脂肪族化合物（ジブロモプロパノール）は、融点、沸点又は分解点が低いためかその使用量の割に難燃効果が薄くかつ不快臭を伴い、又、塩素置換脂肪族化合物（トリシクロロプロピルホスフエート）は塗膜にベタツキがみられて望ましくない。

これに対し、本発明における臭素置換芳香族化合物は非水溶性のため水によりpHの変化がなく、又、分解温度が150～350℃と高いため安定に難燃効果を発揮することができ、塗膜の耐水性にもなんら影響を及ぼさない。本

(38)

発明における臭素置換芳香族化合物は、単に1種の使用により効果をあげることができるため、材料置換の面積縮小、在庫管理の手数の省略及び作業員の鮮燃剤配合手違い等の未然の防止等、作業管理面にも多大の効果を発揮することができる。

ところで、プラスチックは成形加工性であり、水溶液中で成形するものでないことは周知であり、したがってプラスチックそのもののpHを測定することは不可能で、pHを測定して加工するものではない。それ故、プラスチックの性質、例えば透明性、色調、耐水性、引張り強さ及び伸度を含む物理性及び鮮燃化の費用等を考慮に入れないければ、大抵の鮮燃剤を用いて加工鮮燃化が可能であり、例えば塩化ビニルプラスチックの鮮燃剤として、一般に、塩化パラフィン、三酸化アンチモン、ホウ砂、ホウ酸亜鉛、メタホウ酸バリウム、水和アルミナ及び酸化ジルコニウム等を使用することができる。しかしながら、水分散系難燃剤形成性重合体においては、

(4)

上記実施例に示すように、水和アルミナ及び多量のメタホウ酸バリウムの添加によりpH 7～13の領域で該重合体を凝固させ、プラスチックに使用できる難燃剤が直接に該重合体に適用できないことを実証している。

実施例12 (アンチモン化合物の併用効果)

水分散系難燃剤形成性重合体としてエチレン-酢酸ビニル共重合体 (E-VAc) (大日本インキ化学社製 EVADIC, BV15, pH 4～5) を使用した以外は実施例1の第4表に示したものと同一組成の配合物に、臭素置換芳香族化合物としてデカブロモジフエニルエーテル及びアンチモン化合物としてアンチモン酸ナトリウム又は三酸化アンチモンの所定量を添加し実施例1と同様にして難燃性を調べた。得られた結果を下記表17表に示す。

(4)

表17表

臭素置換芳香族化合物		アンチモン化合物		安定性	難燃性 (級)	最大膜厚 (μ m)
種 類	使用量 (g)	種 類	使用量 (g)			
デカブロモ ジフエニルエーテル	7	アンチモン 酸ナトリウム	—	良好	1	40
"	2	"	—	"	2	250
"	5	"	1.5	"	1	40
"	2	"	4	"	1	40
"	1	"	0.5	"	2	250
"	5	三酸化 アンチモン	1	"	1	40
"	2	"	3	"	1	40
"	1	"	0.5	"	2	250

表17表から、デカブロモジフエニルエーテル単独では難燃性を難燃性1級にするために7gを要するが、アンチモン化合物1～1.5g添加

(4)

することにより5gで十分であり、3～4g添加することにより2gで十分であることがわかる。これは、実施例2の第6表に示されるようにアンチモン酸ナトリウム4gで2級、三酸化アンチモン3gで2級というように難燃効果が低いアンチモン化合物がその若干を臭素置換芳香族化合物と共に併用することにより難燃効果を向上させることを示している。

実施例13 (応用例)

(a) ユズ肌調配合

下記第18表に示す組成及び配合割合で配合した水分散系難燃性被膜組成物から平均膜厚約40 μ の被膜を形成し、JIS A 1321の試験により難燃性を調べた。

(4)

第 18 表

配 合 物	配合量 (g)	有機 固型分 (g)	有機固型 分中の臭 素含有率 (%)
VAc-Veova(大日本インキ化学社製 Voncoat EC 818 pH 7~9)	360	180	—
ポリカルボン酸高分子活性剤 (花王社製タモールEp)	13	325	—
油性消泡剤(ノブコ社製ノブコNDW)	6	6	—
エチレングリコール	12	12	—
ヘキサメタリン酸ナトリウム (10%溶液)	18	—	—
テトラクロロインフタロニトリル (ノブコ社製ノブコサイドN54D)	5	27	—
方解石粉	280	—	—
炭酸カルシウム	250	—	—
デカブロモジフエニルエーテル	79	79	83.0
水	41	—	—
合 計	1064	28295	23.2

その結果この塗膜の難燃性は1級であつた。

(b) クレーター機碌配合

下記第19表に示す組成及び配合割合で配

43

その結果この塗膜の難燃性は1級であつた。

(c) スタツコ調配合

下記第20表に示す組成及び配合割合で配合した水分散系難燃性被覆組成物から平均膜厚約40 μ mの塗膜を形成し、難燃性を調べた。

第 20 表

配 合 物	配合量 (g)	有機 固型分 (g)	有機固型 分中の臭 素含有率 (%)
Alkyd(日本染料化学工業社製アロン376 pH 7.0~8.0)	300	150	—
活性剤(タモール731)	10	25	—
同上(ノブコNDW)	5	5	—
エチレングリコール	10	10	—
ルチル型酸化チタン(タイベークR550)	60	—	—
炭酸カルシウム	95	—	—
マイカ粉	20	—	—
2-(4-チアゾリル)ベンズイミダゾール (三菱化学社製サンアイゾール500)	5	5	—
2%ヒドロキシプロピルメチルセルローズ溶液 (メトロース8H 90-4000)	20	0.4	—
珪砂 5号	190	—	—
珪砂 6号	190	—	—
ヘキサメタリン酸ナトリウム(10%溶液)	15	—	—
デカブロモジフエニルエーテル	58	58	83.0
水	63	—	—
合 計	1041	230.9	20.8

45

合した水分散系難燃性被覆組成物から平均膜厚40 μ mの塗膜を形成し、JIS A 1321の試験により難燃性を調べた。

第 19 表

配 合 物	配合量 (g)	有機 固型分 (g)	有機固型 分中の臭 素含有率 (%)
PVC(日本ゼオン社製ニポール576 pH 9.0~)	480	240	—
活性剤(タモール731)	13	325	—
同上(エマルゲン920)	10	2	—
油性消泡剤(ノブコNDW)	8	8	—
トリポリリン酸カリウム(10%溶液)	10	—	—
増粘剤(マホローズ65 MP-4000)	12	0.24	—
ルチル型酸化チタン(タイベークR550)	40	—	—
炭酸カルシウム	184	—	—
方解石粉	60	—	—
アスベスト粉	140	—	—
プロピレングリコール	20	20	—
デカブロモジフエニルエーテル	76	76	83.0
水	87	—	—
合 計	1140	549.49	18.0

44

その結果この塗膜の難燃性は1級であつた。

実施例 14 (応用例)

スプレー及び刷毛塗り用配合

(a) 下記第21表に示す組成及び配合割合で配合した水分散系難燃性被覆組成物から平均膜厚15 μ mの塗膜を形成し、JIS A 1321の試験により難燃性を調べた。

第 21 表

配 合 物	配合量 (g)	有機 固型分 (g)	臭素含 有率(%)
VAc-Veova(ヘキスト合成社製、モビニール DM20、pH 6.5~8.5)	270	135	—
メトロース8H-90-4000(2%溶液)	160	3.2	—
エマルゲン920	10	2.0	—
ノブコNDW	7	7	—
ヘキサメタリン酸ナトリウム(10%溶液)	10	—	—
ノブコサイドN54D	5	2.7	—
タイベークR-630	120	—	—
炭酸カルシウム	20	—	—
クレー	200	—	—
エチレングリコール	5	—	—
ブチルセロソルフ	5	—	—
デカブロモジフエニルエーテル	60	60	83.2
水	128	—	—
合 計	1000	154.9	23.2

46

その結果、この塗膜の難燃性は1級であつた。

- (b) 下記第22表に示す組成及び配合割合で配合した水分散系難燃性被覆組成物から平均膜厚20 μ m の塗膜を形成し、JIS A 1321の試験により難燃性を調べた。

第22表

配 合 物	配合量 (g)	有機物 成分(g)	臭素含有 率 (%)
E-VAc (大日本インキ化学社製、EVADIC EV-15、pH4~5)	300	165	—
トリポリリン酸ナトリウム(10%溶液)	15	—	—
メトロースBH-65-4000(2%溶液)	120	24	—
ノブコNDW	5	5	—
ノブコサイドN54D	5	27	—
プロピレングリコール	10	10	—
タイペークR・550	100	—	—
タルク	50	—	—
クレー	150	—	—
デモールEP	10	25	—
デカブロモジフエニルエーテル	73	73	83.0
水	162	—	—
合 計	1000	187.6	23.5

(47)

手 続 補 正 書

昭和55年2月21日

特許庁長官 川 原 能 雄 殿

1. 事件の表示 昭和54年特許願第146414号
 2. 発明の名称 水分散系難燃性被覆組成物
 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 東京都葛飾区青戸1丁目2番17号

名 称 ツバサ化学工業株式会社

代表者 小 林 博 樹

4. 代 理 人

〒105

住 所 東京都港区西新橋3丁目15番8号

西新橋中央ビル302号

電話 (457)-3467

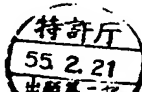
氏 名 弁理士(7850) 中 本 宏

5. 補正命令の日付 なし(自発補正)

6. 補正の対象

(1) 明細書の発明の詳細な説明の欄

(1)



その結果、この塗膜の難燃性は1級であつた。

以上説明したように、本発明によれば、特定の難燃剤を広い範囲のpH領域の水分散系塗膜形成性重合体に適用し、安定かつ優れた難燃性を有する水分散系難燃性被覆組成物を提供することができる。

特許出願人 ツバサ化学工業株式会社

代 理 人 中 本 宏

(48)

2. 補正の内容

明細書の発明の詳細な説明の欄を次のとおり補正する。

- (1) 明細書第2頁18行の「防火材料認定番号」の次に「第0001号、」を加入する。
- (2) 同第3頁8~9行の「アクリル系重合体」を「ポリ酢酸ビニル」と訂正する。
- (3) 同第8頁第1表第3欄「商品名」の8段の「ポリソール」を「ポリゾール」と訂正し、同14段の「デン化テツクスAC50」を「デンカテツクスAC50」と訂正する。
- (4) 同第11頁1行の「ジプロモエタン」を「ジプロモエタン、テトラプロモビスフェノールA」と訂正する。
- (5) 同第14頁第4表第1欄「組成」の4段の「2(4-チアゾリル)-ベンズイミダゾール」を「2(4-チアゾリル)-ベンズイミダゾール」と訂正する。
- (6) 同第16頁第5表を次のように訂正する。

(2)

燃 料 剤				安 定 性	難 燃 性 (級)	最 大 膜 厚 (μm)
種 類		使 用 量				
		(g)	(%)			
実 施 例 1	デカブロモジフエニルエーテル	1	4.4	良 好	2	230
	ヘキサブロモジフエニルエーテル	5	18.0	〃	1	40
	トリプロモフェノール	1	3.9	〃	2	230
	ヘキサプロモベンゼン	7	20.9	〃	1	40
	デカブロモジフエニルジプロモエタン	1	3.8	〃	2	230
	テトラプロモキシレン	7	20.5	〃	1	40
	テトラプロモビスフェノールA	1	4.6	〃	2	230
	ジプロモプロパノール	8	26.8	〃	1	40
	臭化ナトリウム	1	4.1	〃	2	230
	三酸化アンチモン	6	19.3	〃	1	40
対 照	メタホウ酸バリウム	2	10.8	〃	2	230
	ホウ酸ナトリウム	6	19.1	〃	1	40
	アンチモン酸ナトリウム	1	3.1	〃	2	230
	水和アルミナ	8	18.3	〃	1	40
	トリスジクロロプロピルホスフェート	1	3.9	〃	2	230
	臭化ナトリウム	8	22.6	〃	1	40
	三酸化アンチモン	1	4.1	〃	2	230
	メタホウ酸バリウム	6	18.4	〃	1	40
	ホウ酸ナトリウム	1	—	〃	2	230
	アンチモン酸ナトリウム	4	—	〃	1	40
対 照	水和アルミナ	7	—	〃	2	230
	トリスジクロロプロピルホスフェート	8	—	〃	1	40
	臭化ナトリウム	1	—	〃	2	230
	三酸化アンチモン	5	—	〃	1	40
対 照	水和アルミナ	1	—	〃	2	230
	トリスジクロロプロピルホスフェート	5	2.7	〃	2	230
対 照	臭化ナトリウム	5	11.2	〃	1	40
	三酸化アンチモン	1	—	〃	2	230

(3)

- (7) 同第29頁第12表第3欄「有機固形分」の8段の「0.2」を「1.5」と訂正し、同9段の「1.1」を「1.7」と訂正し、同11段の「24.9.1」を「25.1」と訂正する。
- (8) 同第38頁6～9行の「化合物は、単独では・・・・・・一般的でなく、又、」を「化合物は、単独では非常に難燃効果が薄く、又、」と訂正する。
- (9) 同第45頁第20表を次のように訂正する。

配 合 物	配合量 (g)	有 機 固 型 分 (g)	有機固型 分中の炭 素含有率 (%)
Alkyd (日本触媒化学工業社製 アロン376 pH 7.0~8.0)	300	150	—
活 性 剤 (タモール731)	10	25	—
同 上 (ノボコ MDW)	5	5	—
エチレングリコール	10	10	—
ルチル型酸化チタン(タイベークR550)	60	—	—
炭酸カルシウム	95	—	—
マイカ粉	20	—	—
2-(4-チアノリル)ベンズイミダゾール (三菱石油社製サンアイゾール500)	5	5	—
2%ヒドロキプロピルメチルセルローズ溶液 (メトロースBH 90-4000)	20	0.4	—
珪 砂 5号	190	—	—
珪 砂 6号	190	—	—
ヘキサメタリン酸ナトリウム(10%溶 液)	15	—	—
デカブロモジフエニルエーテル	58	58	83.0
3%ナフテン酸コバルト溶液	3.5	0.9	—
20%ナフテン酸鉛溶液	3.5	1.0	—
水	63	—	—
合 計	1048	232.8	20.7

以上

(4)

(5)

手 続 補 正 書 (自発補正)

昭和56年2月12日

特許庁長官 島 田 春 樹 殿

1. 事件の表示 昭和54年特許願第146414号

2. 発明の名称 水分散系難燃性被覆組成物

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 東京都葛飾区青戸1丁目2番17号

名 称 ツバサ化学工業株式会社

代表者 小 林 博 樹

4. 代 理 人

〒105
住 所 東京都港区西新橋3丁目15番8号

西新橋中央ビル302号

電話 (437)-3467

氏 名 弁理士(7850) 中 本 宏

5. 補正命令の日付 な し(自発補正)

6. 補正の対象

(1) 明細書の発明の詳細な説明の欄

(1)

特開昭56-70060(21)

7. 補正の内容

(I) 願書に最初に添付した明細書の発明の詳細な説明の欄を次のとおり補正する。

(I) 明細書第15頁5～7行の「各被覆組成物から厚さ約40μmの塗膜を形成し、……難燃性を調べた。」を「各被覆組成物から厚さ約40μmの塗膜を難燃紙上に形成し、これをJIS A 5413 に規定する石棉セメントパーライト板に貼つて、それぞれにつきJIS A 1321 の試験により難燃性を調べた。」と訂正する。

(II) 同第42頁13行、同第44頁2行、同第46頁6行及び同第47頁5行の「JIS A 1321」の前に「前記」を加入する。

(2)